

Publikálásra elfogadva a Műanyagipari Szemle-ben 2013-ban

Egymásba hatoló hálószerkezetű, hőre nem lágyuló gyanta fejlesztése és vizsgálata

Turcsán Tamás¹, Mészáros László^{1,2}

¹Polimertechnika Tanszék, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3.

²MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, 1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3.

Tárgyszavak: hibridgyanta; egymásba hatoló szerkezet; epoxi; vinilészter.

Napjaink műszaki életében jelentős szerep hárul a hőre nem lágyuló, térhálós polimer mátrixú kompozit anyagokra. Szerkezeti anyagként magas szilárdsági jellemzőik mellett viszonylag alacsony sűrűségüknek köszönhetően alkalmazzák őket a járműiparban és a sportszergyártásban. Az említett kedvező tulajdonságok a kompozit anyagok felhasználása a járműveknél fogyasztáscsökkenést, míg a sporteszközöknél szabadabb, gyorsabb mozgásokat eredményez. A térhálós mátrixú kompozitokkal kapcsolatban – a már említett szilárdságon felül – a legnagyobb elvárás a megfelelő szívósság, amelyről akkor beszélhetünk, ha az anyag szerkezetéből fakadóan gátolja a repedések kialakulását, és azok terjedését. Kompozitok esetén a mátrix fokozott szívóssága a terhelés erősítőszálak felé történő hatékonyabb továbbítását, illetve az erősítőanyagok dinamikus behatásokkal szembeni védelmét is segítheti. Ennek az elérése a szilárdság megtartása mellett máig nagy kihívás elé állítja a kutatókat. Az egyik megoldás az egymásba hatoló hálószerkezetű (IPN; Interpenetrating Polymer Network) két- vagy többkomponensű mátrix alkalmazása lehet. A rendszer szívóssága nanostruktúrált szerkezetében rejlik, amely az azt alkotó térhálós polimerek térben összefonódó, azonban egymással elsőrendű kémiai kötést nem létesítő molekuláris szerkezetéből fakad. Így optimális esetben a szilárdsági jellemzők a szívósság növekedése ellenére sem romlanak. Az IPN rendszerekben rejlő lehetőségek azonban még korántsem kiaknázottak, így jelentős kutatási lehetőségek mutatkoznak ezen a téren.

A kutatás során a célunk epoxi és vinilészter gyantákat alapanyagul véve olyan előállítási eljárás kifejlesztése, amelynek segítségével lehetőség nyílik nem pusztán gyantakeverékek, azaz két különálló fázisú, hanem molekuláris szinten egymás térszerkezetébe behatoló hálószerkezetű anyag előállítására is.

1. Bevezetés

A polimerkompozitok napjainkban sokrétű sikeres felhasználásuk révén jelentősen segítik az emberiséget a technikai fejlődés útján. Ezek közül a térhálós polimermátrixú

szerkezeti anyagok szerepe különösen fontos, a nagyteljesítményű mérnöki alkalmazásban. A kompozitok ott működnek kimagasló eredményességgel, ahol a korábban alkalmazott, jóval nagyobb fajsúlyú acél elemek kiváltására használják őket, mivel így hasonló szilárdsági tulajdonságok biztosítása mellett jelentős tömegcsökkentést lehet elérni. Így különös jelentőséggel bírnak a járműiparban, a versenysportokban, de a mindennapi életben is sok területen találkozunk velük.

A térhálós mátrixú kompozitokat a magas szilárdsági tulajdonságokon túl jó energiaelnyelő képesség, azaz szívósság is jellemzi, ez azt jelenti, hogy a szerkezetben a repedések kialakulása és azok terjedése gátolt. A szilárdságot első sorban a kompozit erősítőanyagai biztosítják, a szívósságért pedig főként a befoglaló anyag, azaz a mátrix a felelős. A kutatók napjainkban is dolgoznak a mátrixanyagok szívósságának növelésén, hiszen a térhálós szerkezetű polimerek alkalmazása gyakorlatilag megkerülhetetlen, azonban ezek jóval ridegebbek, törékenyebbek hőre lágyuló társaiknál.

A szívósság növelését, azaz a rideg viselkedés, valamint a hirtelen tönkremenetel elkerülését megcélzó legújabb kutatások a befoglaló anyag mikroszerkezetében keresik a megoldást. A mikro-, vagy éppenséggel a nanostruktúra módosítása többféle módszerrel lehetséges. Ezek közül az egyik eljárás a különböző tulajdonságú gyanták elegyítése. Ez esetben olyan keverék megalkotása a cél, amelyben a két, vagy esetlegesen több gyanta, nem különül el egymástól, nem alkotnak külön fázist, hanem molekuláris szintű egymásba való hurkolódás révén egy egyszerű keverékhez mérten homogénebb anyagot hoznak létre. Az anyagban nem beszélhetünk egyértelműen meghatározott fázishatásról a két anyag között, hanem a fázisokat egy ún. határfázis választja el, amelyben az egyes tulajdonságok nem ugrásszerűen, hanem folyamatos átmenettel kísérve változnak. Az egymásba hatoló hálószerkezettel rendelkező gyanta bonyolult térbeli strukturáltsága révén képes lehet nagyobb mértékű energia elnyelésére a tönkremeneteli folyamat során, így szívósabb tulajdonságú mátrixanyagot, valamint azokból felépülő kompozitok előállítását teszi lehetővé [1, 2].

Az első egymásba hatoló térhálós szerkezetű polimert Jonas Aylsworth állította elő, aki 1914-ben a természetes gumit és a kén elegyét kombinálta a fenol-formaldehiddel. A felfedező Thomas Edison fővegyésze volt, és az előállított anyagot később a hanglemezyártásban használták fel az addigi törékeny bakelit lemezek anyagának kiváltására [3, 4].

A XX. század második felében, a polimerek széleskörű elterjedésével párhuzamosan, megindult az IPN anyagok mélyebb kutatása is. Számos egymástól független kutatócsoport olyan felfedezést tett, hogy két egymással elegyített polimerből képzett IPN struktúrájú rendszer esetében az üvegesedés átmeneti hőmérsékletei (T_g) a két alkotó értékei közé, azaz egymás irányába tolódtak el, még hozzá azok egymáshoz viszonyított tömegarányának megfelelően. A kutatók ezt a hatást az egyes láncok közti keresztkötésekkel magyarázták, valamint azt a – mint később kiderült - téves feltételezést tették, hogy az IPN szerkezet a jobb elkeveredés eredményeképpen alakulhatott ki. Az üvegesedés átmeneti hőmérsékletének említett irányú változása ma már tisztázott módon a lánchurkolódás következménye. Napjainkban az üveges átmeneti hőmérséklet(ek) meghatározása kulcsszerephez jutott a keverékgyanták egymásba hatoló térhálós szerkezetének igazolásában [5, 6, 7].

Az 1980-as években egészen más megközelítésből vizsgálták a témát, hiszen a polimerek keveredésének termodinamikai feltételeit behatóbban ismerték. Az ezekből a

kutatásokból származó eredmények arra engedtek következtetni, hogy az egymásba hatoló térhálós szerkezetű polimer anyagok alkotói egymással kevésbé összeférhetőek, és ebből következően nagyobb inhomogenitás jellemzi őket, mint az ideális polimer keverékeket [2, 7].

A jelenkori kutatások az egyes egymásba hatoló térhálós szerkezetű anyagokat nem termodinamikai, illetve keveredési szempontból vizsgálják, hanem a felhasználás során jelentkező kedvező tulajdonságok fokozását célozzák meg. Douglas és társa [8] poliéter-uretánból (PU) és polietil-metakrilátból (PEMA) képeztek IPN szerkezetű anyagot. A keveréket három ciklusban összesen 24 óra időtartammal hőkezelték, sorrendben 60, 80 és 90 °C hőmérsékleten. A megalkotott hibridek tulajdonságait vizsgálva kiderült, hogy a PEMA összetevőt 30 % (m/m) tartalmazó anyag közelítőleg a két összetevő arányában ötvözte azok rugalmassági modulus és szakítószilárdság értékeit, ugyanakkor a szívóssági értékek jelentősen megnöttek.

A nagy teljesítményű hőre nem lágyuló polimerekkel is folytak kutatások az egymásba hatoló hálószerkezetek terén. Karger-Kocsis és társai [9] munkájuk során epoxi (EP) és vinilészter (VE), illetve vinilészter-uretán (VEUH) hibridgyantával foglalkoztak. Az előállított rendszerekben található EP gyanták alifásak, illetve cikloalifásak voltak. Az alifás EP-hez cikloalifás diamint, míg a cikloalifás EP-hez alifás diamint használtak. Az alkalmazott VE kereskedelmi forgalomban is megtalálható anyag, amely egy biszfenol-A bázisú biszmetakriloxi típusú gyanta 30% (m/m)-os sztirol tartalommal. Az EP:VE tömegaránya a kísérletek során minden esetben 1:1 volt. A gyantakeverékeket utólagos térhálósítási célból 12 órás szobahőmérsékletű tárolást követően, 80°C-on 3 órán át, majd egyeseket 150 °C-on, másokat 200°C-on 3 órán át tovább hőkezelték. Atomerő-mikroszkópos (AFM) és dinamikus mechanikai (DMA) vizsgálatokat végeztek anyagaikon. A vizsgálatok során mért T_g értékek és az elkészített AFM felvételek azt mutatták, hogy az egyes keverékgyanták esetén az IPN szerkezet létrejött.

Az szakirodalmi példák alapján kutatásunk célja olyan IPN szerkezetű, nagy teljesítményű kompozitokban alkalmazható EP/VE gyantakeverék előállítása és beható mechanikai-, valamint anyagszerkezeti szempontból való vizsgálata, amely a későbbiek során szénszál-erősítésű kompozitanyagokban alkalmazható mátrixanyagként.

2. Felhasznált anyagok, alkalmazott berendezések és módszerek

A kutatás során a gyantakeverék előállításához használt epoxikomponens az **Ipox Chemicals Kft.** által előállított *ER 1010*-es típusú biszfenol-A-diglicidil-éter alapú módosított epoxigyanta volt, amelyhez szintén az **Ipox Chemicals Kft.** által gyártott *EH 2293*-as típusú izoforon-diamin (IPD) térhálósítót alkalmaztunk.

A gyantakeverék másik alkotóelemeként az **Ashland Composite Polymers Inc.** által gyártott *AME 6000 T35*-ös módosított epoxi-vinilésztert használtuk, amely előgyorsított, tehát csak katalizátor hozzáadását igényli. Ez esetünkben a **Peroxid Chemie GmbH.** által gyártott *MEKP-LA-3* típusú, Diizobutil-ftalátban oldott metil-etil-keton-peroxid volt.

Az anyagok megfelelő elegyítését száras keverővel végeztük 400 1/min fordulatszámon. A gyantakeverékeket szilikon öntőszerszámokba öntöttük, amelyek két síküveglap közé szorítottuk a megfelelő számú szorító fogóval, ezen gyanta próbatestek keresztmetszetének névleges mérete 10 x 4 mm volt.

A gyantakeverékek előállítása során két egymástól különböző módszert is alkalmaztunk a gyantakeverékek előállítására, amelyeknél a különbség az összetevők elegyítési sorrendjében, és a kulcsfontosságú keverési- és pihentetési, valamint a fazékidőkben mutatkoztak meg. Ezeken felül figyelembe vettük más kutatások korábbi eredményeit is [1, 9].

Az első módszerrel (#1) első lépésben a megfelelő mennyiségű EP és VE gyantákat elegyítettük, amelyhez tíz perces keverési időt választottunk. Ehhez a keverékhez adtuk hozzá az EP aminos térhálósítóját, majd két perc keverés után a VE katalizátorát vittük a rendszerbe, amelyet szintén két perc keverés követett. Ezután a gyantakeveréket szilikon öntőszerszámokba öntöttük.

A második módszert (#2) a már említett fazékidő-különbségekre fejlesztettük ki, a kívánt IPN szerkezet elérése érdekében. Jelen esetben a magasabb térhálósodási idővel rendelkező EP gyantát (ER) első lépésben két percen át, percenként 400-as fordulatszámmal kevertük össze az aminos térhálósító szerrel (EH). Az irodalmi adatok azt mutatták, hogy az IPN szerkezet létrejötte nagyban függ az egyes komponensek viszkozitásától. Alacsony viszkozitás esetén a mozgékony molekulák könnyen szétválnak egymástól, azaz könnyen bekövetkezik a fázisszeparáció. Ezért az EP viszkozitásának növelése érdekében, azaz a megfelelő polimerizációs fok eléréséhez, 30 perc pihentetést alkalmaztunk műhelyhőmérsékleten, légköri nyomáson, keveréstől mentesen. Eztán adtuk hozzá a VE gyantát, majd 2 perc keverés után hozzáadtuk a VE katalizátorát, végül további 2 perc keverés után szilikon öntőszerszámokba öntöttük a gyantakeverékeket.

A gyantakeverékek előállítása során minden egyes esetben tapasztaltunk hőfejlődéssel járó keresztreakciókat, amelyek azonban az első módszerrel jóval csekélyebb mértékben fordultak elő. Ennél a módszerrel az említett keresztreakciók jobb megértése végett az epoxigyanta összetételét módosítva előállítottunk egy – az alapgyantára vonatkoztatva 10% EH hiánnyal [#1(-10)], illetve egy ugyanennyi EH felesleggel [#1(+10)] rendelkező gyantakeveréket is. Feltételezéseink szerint így várhatóan jobban nyomon követhetővé válik az IPN szerkezet kialakulása. Az egyes gyantakeverékek és az EP valamint a VE összetételét az 1. táblázat ismerteti. A VE komponenshez minden esetben 1%(m/m) katalizátort kevertünk.

1. táblázat

Az előállított és alkalmazott gyanták és gyantakeverékek összetétele

Megnevezés	EP	#1(-10)	#1	#1(+10)	#2	VE
EP:VE [%(m/m)]	100:0	50:50	50:50	50:50	50:50	0:100
ER:EH [%(m/m)]	100:22,6	100:12,6	100:22,6	100:32,6	100:22,6	-

Az egyes mintákat a szilikon szerszámba való öntést követően huszonnégy óra elteltével utótérhálósítás céljából hőkezelésnek vetettük alá. A hőkezelést **Heraeus UT20** típusú laboratóriumi levegőcirkulációs szárítószekrényben végeztük el 80 °C hőmérsékleten, négy óra időtartammal.

A próbatesteken szerkezeti elemzés céljából dinamikus mechanikai analízis (DMA) vizsgálatot végeztünk. A művelet **TA Instruments DMA Q800** típusú készüléken történt 20 °C és 150 °C közötti hőmérséklet-tartományban 2 °C/min fűtési sebességgel, hárompontos hajlítási terhelés alkalmazásával.

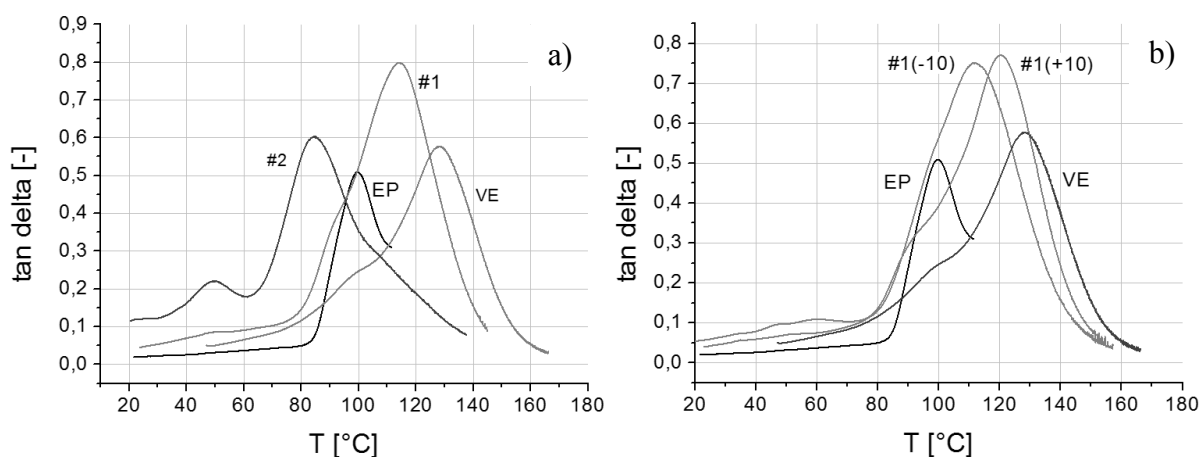
A próbatesteken hárompontos hajlító vizsgálatot hajtottunk végre, amihez **Zwick Z020** típusú univerzális terhelőgépet vettünk igénybe, a vizsgálatot az **MSZ EN ISO 178:2003** szabványnak megfelelő módon végeztük el. Az egyes anyagokból 5-5 próbatestet vizsgáltunk, amelyeket 2 mm/min sebességgel 6,4 mm-es határlehajlásig, illetve értelemszerűen az adott próbatest tönkremenetelig teszteltük.

A próbatestek felületén **Zwick Roell HO4 3150** keménységmérő berendezés segítségével állapítottuk meg a Shore D keménységet, az egyes anyagokon 20 különböző pontot megvizsgálva.

A kiindulásként szolgáló EP és VE anyagokról valamint a gyanta próbatestekről az atomerő-mikroszkópos (AFM) felvételek **Veeco/Digital Instruments GmbH MultiMode AFM-2** berendezéssel készültek „tapping” üzemmódban, ahol a vizsgálatához használt tű frekvenciája 346 kHz volt. A vizsgálatához az egyes anyagminták előkészítésre során a megfelelő nagyságúra vágott minták epoxiágyba kerültek elhelyezésre, majd többfázisú csiszoláson estek át, hogy felszínük elérje a metódus által megkövetelt maximum 1 µm-es felületi érdességet.

3. Kísérleti eredmények és kiértékelésük

A kiindulásként szolgáló anyagokból, illetve az egyes elegyítési metódusok segítségével előállított anyagtípusokból képzett gyanta próbatesteken először DMA vizsgálatokat végeztünk. Az egyes anyagok veszteségi tényező (tan delta) értékeit az *1. ábra* mutatja. A vizsgálatok eredményei alapján fény derült arra, hogy az #1 metódus esetén a keveredés megfelelő mértékű, egy T_g (tan delta maximumhelyénél leolvasható hőmérsékleti érték) jellemzi az anyagokat, míg a #2 eljárás során erős fázis szeparáció figyelhető meg, amely során több üveges átmeneti hőmérséklet mutatkozik a keveréknél. Ebben az esetben a T_g értékek jelentősen az alkotó gyanták értékei alatt állnak (*2. táblázat*).



1. ábra Az előállított és felhasznált anyagok hárompontos hajlító DMA vizsgálata során meghatározott veszteségtényezője ($\tan \delta$) a hőmérséklet függvényében
a) referencia és a sztöchiometriai arányokat figyelembe vevő; b) referencia és a módosított összetevő arányokkal rendelkező anyagoknál.

Az IPN szerkezetű anyagok T_g értékei a 1. ábrán látható módon az egyes gyantakeverékek üveges átmeneti hőmérsékletei között helyezkednek el, a szakirodalomi példákban látottakhoz hasonlóan esetünkben is az alkotók T_g értékeihez képest egymás felé tolódtak el. A sztöchiometriai egyenletek alapján meghatározott alkotóarányok fennállása esetén (#1) az érték a kiinduló anyagként használt EP és VE T_g -jének számtani közepénél található, ez abból adódhat, hogy a két alkotó aránya hozzávetőlegesen 1:1-hez.

2. táblázat

Az egyes gyanták üveges átmeneti hőmérsékletei, maximális veszteségtényezői ($\tan \delta_{\max}$), és tárolási modulusai (E')

*A tárolási modulus értékek 20°C hőmérsékleti értékekhez tartoznak

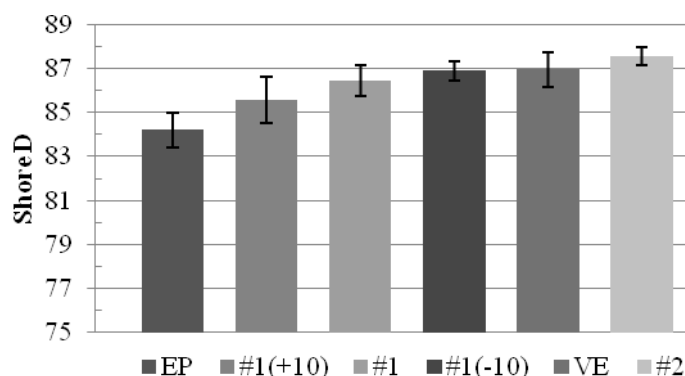
Megnevezés	EP	#1(-10)	#1	#1(+10)	#2	VE
T_g [°C]	99,64	111,22	114,30	120,31	49,26 85,10	128,51
$\tan \delta_{\max}$ [-]	0,509	0,752	0,799	0,771	0,220 0,604	0,578
E' [MPa]*	2921	3075	2788	2942	2697	3078

Az epoxi komponensben az #1(-10) EH hiánnyal rendelkező hibridgyanta T_g - értéke az EP értéke felé, míg az #1(+10) EH felesleggel rendelkező gyantakeveréké a VE komponens irányába tolódott el. Ennek közvetlen oka a korábban tárgyalt keresztreakciókban keresendő, azaz a VE térhálósodása során az epoxi edzőjével reagált, ugyanis ezen reakciók nyomán a tapasztalt hőfejlődés az EH hozzáadásakor jelentkezett, és jól látható módon hatással volt a különböző edzőtartalmú gyantakeverékek tulajdonságaira.

A termomechanikai analízis eredményeiből a T_g -hez tartozó maximális veszteségi tényező ($\tan \delta_{\max}$) értékeket az egyes anyagok esetében a 2. táblázat mutatja. Megfigyelhető, hogy az előállított keverékgyanták mindegyike, még a #2 gyantánál a nagyobb T_g esetében is magasabb $\tan \delta_{\max}$ értékeket mutatott, mint az EP és VE komponenseik. Ez a növekmény arra utal, hogy megnőtt az egyes anyagok mechanikai csillapítási képessége, ez esélyt adhat nagyobb szívósságú kompozitok előállítására. Ugyanakkor a tárolási modulusaik (E') a referenciaként szolgáló EP és VE gyantákhoz képest nem csökkentek jelentős mértékben, különösen igaz ez az #1 metódussal előállított három keverékre. Az, hogy a hibrid gyantáknál a tárolási modulus értékek csak kismértékben csökkentek, azt támasztja alá, hogy a térhálósodási folyamat nem volt akadályozott és rendben lezajlott.

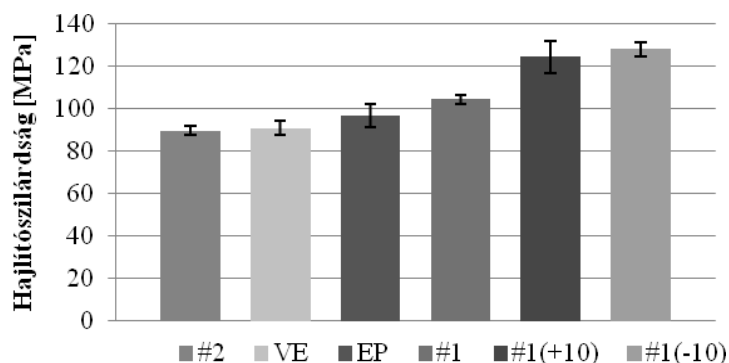
Az egyes gyanta próbatesteken keménységvizsgálatot végeztünk el, amely során meghatároztuk a Shore D keménységüket. Az eredményeket a 2. ábra mutatja, ahol megfigyelhető, hogy a keverékgyanták keménysége jórészt az alkotóik közötti tartományban helyezkedik el. Kivételt képez ez alól a #2 metódussal elkészített keverék, amely – mint a

DMA vizsgálatoknál kiderült – nagy valószínűséggel nem rendelkezik IPN szerkezettel, de a keménysége meghaladja alkotóiként szolgáló gyanták értékeit. A keménységi értékeknél visszaköszönnek a keverék összetételében végrehajtott változtatások, ahogyan az üveges átalakulási hőmérsékleteknél látható volt. Az #1(-10), azaz EH hiánnyal rendelkező keverék az EP komponens keménységi értékéhez, míg az #1(+10) EH felesleggel rendelkező keverék a VE komponens értékeihez áll közelebb. A keverékgyanták keménységéből következtethetünk azok térhálósági fokára, amely az értékeket figyelembe véve, viszonylag magas szintet képvisel. A keverékgyanták EP alkotójának keménységét összemérve korábbi kutatások során mért adatokkal, az megfelelő Shore D értéket produkált [10].



2. ábra A felhasznált gyanták és gyantakeverékek Shore D keménysége

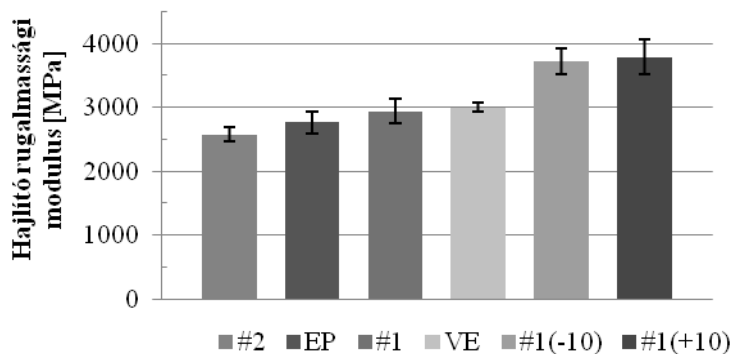
Az egyes gyantákból készült próbatesteken hárompontos hajlító vizsgálatot hajtottunk végre (3. ábra). Látható, hogy a jelentős fázis szeparációval rendelkező #2 metódussal előállított keverék rendelkezett a legkisebb hajlítószilárdsággal. Az #1 módszerrel előállított gyanták mindegyikénél magasabb hajlítószilárdsági értékeket mértünk, mint az alapgyantáknál. A módosított keverékaránnyal elkészített gyanták [#1(+10) és #1(-10)] esetén a mérések alapján jelentős, 22, illetve 23%-os szilárdságnövekedés következett be a magasabb értéket produkáló EP alkotóhoz mérten, mindez megfelelőnek mondható szórások mellett.



3. ábra A felhasznált gyanták és gyantakeverékek hajlítószilárdság értékei

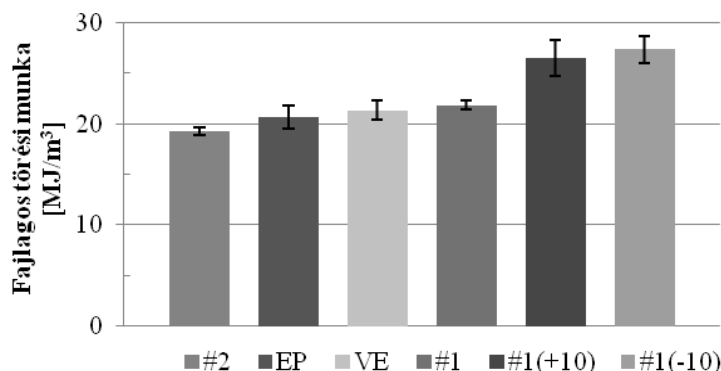
A hárompontos hajlító vizsgálatok erő-elmozdulás görbéiből kiszámítottuk az egyes anyagok hajlító rugalmassági modulus értékeit (4. ábra), amelyek azt mutatták, hogy az IPN szerkezettel vélhetően nem rendelkező #2 gyantakeverék, ahogyan a hajlítószilárdsági

paraméterek tekintetében, úgy itt is a legalacsonyabb értékeket mutatta. A módosítatlan keverékarányt képviselő #1 keverék, a rugalmassági modulusokat sorba rendezve, az alkotói (EP és VE) között foglal helyet. A két módosított keverékarányt követve előállított keverék az #1(-10) és az #1(+10), ahogyan a hajlítoszilárdság tekintetében itt is, a legmagasabb értékeket mutatták. A VE-hez mérten 24-26%-os tulajdonságnövekményt tudhatnak magukénak.



4. ábra A felhasznált gyanták és gyantakeverékek hajlító rugalmassági modulus értékei

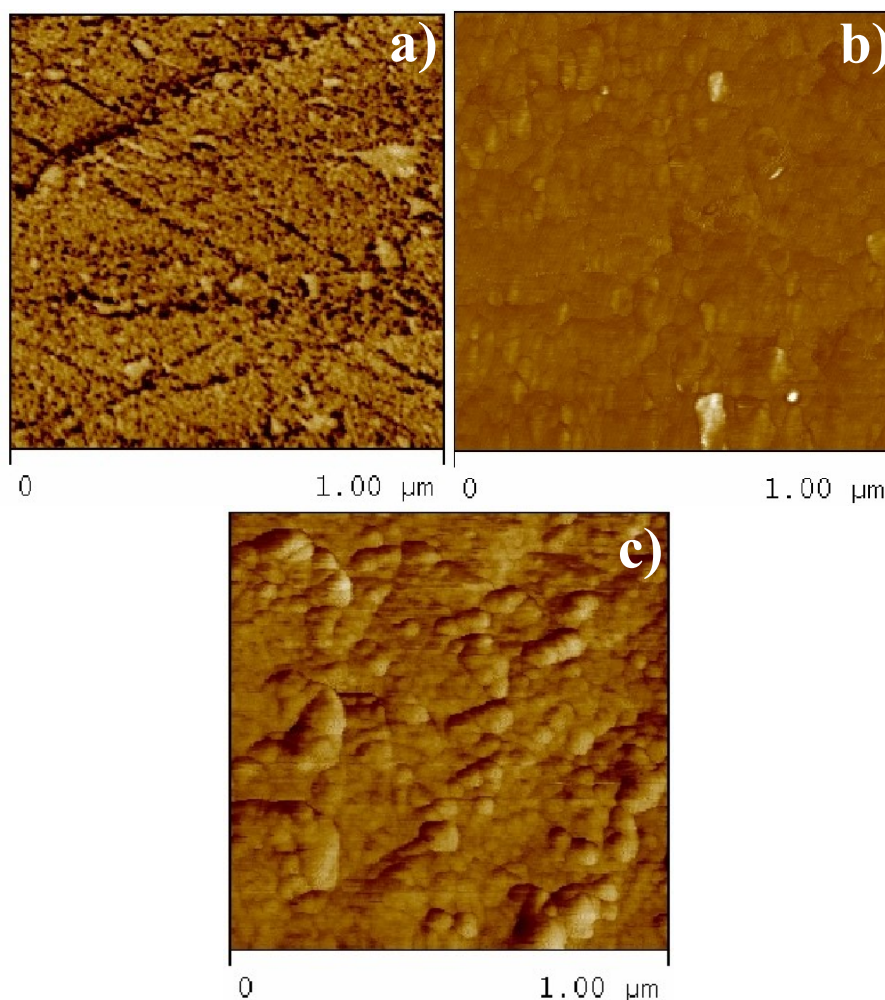
Az egyes felhasználási területek esetén rendkívül fontos a szívósság törésmechanikai meghatározása. Ez történhet például az adott mechanikai vizsgálat során a tönkremeneteli folyamat közben az anyag által felvett energia mérésével. Ezt az energiát célszerű az éppen alkalmazott vizsgálatnak megfelelő alakú, illetve keresztmetszeti tényezővel fajlagosítani. Mivel az elvégzett vizsgálat a hárompontos hajlítás volt, ezért a hajlítás során ébredő feszültségek kiszámításához használt keresztmetszeti tényezőt alkalmaztuk. Az értékek (5. ábra) arányaikban egybevágnak a hajlítoszilárdsági értékekkel, ugyanakkor meghatározásuk mégis fontos. Ezzel bizonyíthatjuk, hogy nem csak szilárdságnövekményt tudunk elérni IPN szerkezetű térhálós gyantákkal, hanem azt is, hogy nem következik be ridegedés, sőt valószínűsíthető, hogy különböző szálal illetve egyéb erősítőanyaggal ellátott kompozitok számára egy ismétlődő igénybevételekkel jobban megbirkózó mátrixanyagot nyerhetünk.



5. ábra A felhasznált gyanták és gyantakeverékek fajlagos törési munkája

Az általunk vizsgált anyagok mutatott tulajdonságainak anyagszerkezettani magyarázatának alátámasztása, illetve az IPN szerkezet kétséget nem tűrő megállapítása

érdekében az előállított gyantákból készült próbatesteken AFM vizsgálatokat végeztünk el. A fázisábrákat a 6. ábra szemlélteti. A gyantakeverékek alkotóiról (VE és EP) készült (6./a és 6./b) felvételekkel összevetve az #1 módszerrel előállított módosítatlan keverékaránnyal képzett gyanta próbatest felvételét (6./c) látható, hogy a keverékgyanta esetében létrejött egy ún. globuláris szerkezet, amelyben észlelhető egy lágyabb, vélhetően az EP, és egy keményebb VE egység. A globulák tekintetében elmondhatjuk, hogy sok helyen kapcsolódnak egymáshoz egy folytonos, feltételezhetően EP mátrixba ágyazva. Mindezeket egybevéve az IPN szerkezet az #1 gyantakeverékben nagy valószínűséggel létrejött.



6. ábra AFM felvételek, fázisábrák a) VE; b) EP; c) #1 anyagokról.

4. Összegzés

Kutatásunk során célunk epoxi-vinilészter alapanyagokból egymásba hatoló hálószerkezetű hibridgyanta kialakítása volt, amely során vizsgáltuk az előállítás

módszerének, illetve az összetételi arány változásának hatását a mechanikai és a morfológiai tulajdonságokra.

AzDMA vizsgálatok során kapott görbék azt mutatták, hogy a kialakítani kívánt IPN szerkezet létrejött. Az előállított keverékgyanták közül az #1-es módszernek nevezett eljárással megalkotott keverékek hárompontos hajlítás során a kiindulásként használt anyagok közül jobb tulajdonságokkal rendelkező epoxi anyaghoz mérten jelentős, 20%-ot meghaladó növekményt mutattak a hajlítószilárdság terén, valamint a próbatestek felszínén meghatározott Shore-D keménységi értékek is hasonló mértékű növekményről számoltak be az #1 esetén az EP-hez képest.

A vizsgálatok során kapott eredmények igazolásaként, valamint az anyag szerkezetének behatóbb megismerése céljából a keverékek kiinduló anyagaiként szolgáló EP és VE anyagú próbatestekről, valamint a kiválasztott (#1) gyantakeveréken atomerő-mikroszkópos felvételek készültek. Az AFM felvételek tanúsága szerint a keverékgyantából készült próbatestben nagy valószínűséggel kialakult az egymásba hatoló hálós szerkezet, ezt mutatják az anyagban megjelenő anyagszerkezeti jelenségek.

Irodalomjegyzék

- [1] J. Karger-Kocsis, O. Gryshchuk, N. Jost: Toughness response of vinylester/epoxy- based thermosets of interpenetrating network structure as a function of the epoxy resin formulation: effects of the cyclohexylene linkage, *Applied Polymer Science* **88** 21-24 (2003).
- [2] L. H. Sperling: Interpenetrating polymer networks: An overview. in 'Interpenetrating polymer networks' (eds.: D. Klemperer, L. H. Sperling, L. A. Utracki) American Chemical Society, New York, 239, 3-38 (1994).
- [3] J. W. Aylsworth: Plastic composition, U.S. Patent 1,111,284, (1914).
- [4] L. H Sperling: Jonas W. Aylsworth: Leif Erickson of Interpenetrating Polymer Networks, *Polymer News* **12** 332-334 (1987).
- [5] S. C. Kim, D. Klemperer, K. C. Frisch, H. L. Frisch: Polyurethane Interpenetrating Polymer Networks. I. Synthesis and Morphology of Polyurethane-Poly(methyl methacrylate) Interpenetrating Polymer Networks, *Macromolecules* **9** 258-263 (1976).
- [6] G. M Yenwo, L. H Sperling, J Pulido, J. A. Manson, A. Conde: Castor oil based interpenetrating polymer networks, IV. Mechanical behavior; *Polymer Engineering and Science* **17** 251-256 (1977).
- [7] L. H. Sperling: *Interpenetrating Polymer Networks and Related Materials*; Plenum: New York, 265 pp (1981).
- [8] D. J. Houston, F. U. Schäfer: Poly(ether urethane)/poly(ethyl methacrylate) interpenetrating polymer networks: morphology, phase continuity and mechanical properties as a function of composition, *Polymer* **37** 3521-3530 (1996).

- [9] J. Karger-Kocsis, O. Gryshchuk, S. Schmitt: Vinylester/epoxy-based thermosets of interpenetrating network structure: An atomic force microscopic study, *Journal of Material Science* **38** 413-420 (2003).
- [10] J. Zhang, Y. C. Xu, P. Huang: Effect of cure cycle on curing process and hardness for epoxy resin, *Express Polymer Letters* **3** 534-541 (2009).

Köszönetnyilvánítás

A jelen kutatás a TÁMOP 4.2.4.A-1 kiemelt projekt keretében meghirdetett ösztöndíj-támogatásnak köszönhetően valósult meg, a magyar állam és az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával. A kutatást továbbá az Országos Tudományos Kutatási Alapprogramok (OTKA PD105564) támogatta. A munka szakmai tartalma kapcsolódik a "Új tehetséggondozó programok és kutatások a Műegyetem tudományos műhelyeiben", illetve a "Minőségorientált, összehangolt oktatási és K+F+I stratégia, valamint működési modell kidolgozása a Műegyetemen" c. projekt szakmai célkitűzéseinek megvalósításához. A projekt megvalósítását a TÁMOP - 4.2.2.B-10/1--2010-0009 és az Új Széchenyi Terv TÁMOP-4.2.1/B-09/1/KMR-2010-0002 program támogatja.